

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
27 mai 2004 (27.05.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2004/044256 A1(51) Classification internationale des brevets⁷ :
C22F 1/053, 1/04(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2003/003312(22) Date de dépôt international :
6 novembre 2003 (06.11.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
02/13859 6 novembre 2002 (06.11.2002) FR(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) :
PECHINEY RHENALU [FR/FR]; 7, place du Chancelier
Adenauer, F-75116 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : DIF, Ronan [FR/US]; 506 Fitzhugh Street, Ravenswood, WV 26164 (US). EHRSTROM, Jean-Christophe [FR/FR]; 5, place des Jacobins, F-38130 Echirolles (FR). GRANGE, Bernard [FR/FR]; 886, chemin de Pardines, F-63500 Issoire (FR). HOCHENEDEL, Vincent [FR/FR]; 17, domaine du Clos, Route de Solignat, F-63500 Issoire (FR). RIBES, Hervé [FR/FR]; Les Pradets, 20, rue de la Liberté, F-63500 Issoire (FR).

(74) Mandataire : SCHMIDT, Martin, Peter; Pechiney, 217, cours Lafayette, F-69451 Lyon cedex 06 (FR).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

- relative au droit du déposant de revendiquer la priorité de la demande antérieure (règle 4.17.iii)) pour la désignation suivante US
- relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv)) pour US seulement

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: SIMPLIFIED METHOD FOR MAKING ROLLED AL-ZN-MG ALLOY PRODUCTS, AND RESULTING PRODUCTS

(54) Titre : PROCEDE DE FABRICATION SIMPLIFIE DE PRODUITS LAMINES EN ALLIAGES Al-Zn-Mg, ET PRODUITS OBTENUS PAR CE PROCEDE

(57) Abstract: The invention concerns a novel method for making an intermediate rolled product in aluminium alloy of the type Al-Zn-Mg which consists in: continuous casting of a plate containing in wt. %: Mg 0.5-2.0 Mn<1.0 Zn 3.0-9.0 Si<0.50 Fe<0.50 Cu<0.50 Ti<0.15 Zr<0.15 Cr<0.50, the remainder being aluminium and its unavoidable impurities, wherein Zn/Mg>1.7, wherein the homogenizing, hot rolling, online hardening, hot rolling and coiling temperatures are selected in a very specific manner and are reduced throughout the process. This inexpensive method enables the compromise of certain mechanical properties and the use of the resulting sheets and strips to be improved.

(57) Abrégé : L'invention présente un nouveau procédé d'élaboration d'un produit laminé intermédiaire en alliage d'aluminium de type Al-Zn-Mg de composition Mg 0,5 - 2,0 Mn<1,0 Zn 3,0 - 9,0 Si<0,50 Fe<0,50 Cu<0,50 Ti<0,15 Zr<0,20 Cr<0,50. Le reste de l'aluminium avec ses inévitables impuretés, dans laquelle Zn/Mg>1,7, élaboré par coulée semi-continue une plaque contenant (en pourcents massiques), dans lequel les températures d'homogénéisation, de laminage à chaud, de trempe en ligne, de laminage à chaud et de bobinage sont choisies d'une manière très particulière et diminuent tout au long du procédé. Ce procédé peu onéreux permet d'améliorer le compromis de certaines propriétés mécaniques et d'usage des tôles et bandes obtenues.

**PROCEDE DE FABRICATION SIMPLIFIE DE PRODUITS LAMINES EN
ALLIAGES Al-Zn-Mg, ET PRODUITS OBTENUS PAR CE PROCEDE**

5 Domaine technique de l'invention

La présente invention concerne les alliages de type Al-Zn-Mg à haute résistance mécanique, et plus particulièrement les alliages destinés à des constructions soudées telles que les structures employées dans le domaine de la construction navale, de la
10 carrosserie automobile, du véhicule industriel et des réservoirs fixes ou mobiles.

Etat de la technique

15 Pour la fabrication de structures soudées, on emploie habituellement des alliages d'aluminium des séries 5xxx (5056, 5083, 5383, 5086, 5186, 5182, 5054...) et 6xxx (6082, 6005A...). Les alliages 7xxx à basse teneur en cuivre, soudables (tels que 7020, 7108...) sont également adaptés pour la réalisation de pièces soudées dans la mesure où ils présentent de très bonnes propriétés mécaniques, y compris après soudage. Ces
20 alliages sont cependant sujets à des problèmes de corrosion feuilletante (à l'état T4 et dans la zone affectée des soudures) et de corrosion sous contrainte (à l'état T6).

Les alliages de la famille 5xxx (Al-Mg) sont habituellement employés aux états H1x (écrouis), H2x (écrouis puis restaurés), H3x (écrouis et stabilisés) ou O (recuit). Le
25 choix de l'état métallurgique dépend du compromis entre résistance mécanique, résistance à la corrosion et formabilité que l'on vise pour une utilisation donnée.

Les alliages 7xxx (Al-Zn-Mg) sont dits "à durcissement structural", ce qui signifie qu'ils acquièrent leurs propriétés mécaniques par précipitation des éléments d'addition
30 (Zn, Mg). L'homme du métier sait que, pour obtenir ces propriétés mécaniques, la transformation à chaud par laminage ou filage est suivie d'une mise en solution, d'une

trempe et d'un revenu. Ces opérations, réalisées dans la majorité des cas de façon séparée, ont respectivement pour but de dissoudre les éléments d'alliage, de les maintenir sous forme de solution solide sursaturée à température ambiante, et enfin de les précipiter de façon contrôlée.

5

Les alliages des familles 6xxx (Al-Mg-Si) et 7xxx (Al-Zn-Mg) sont généralement employés à l'état revenu. Dans le cas des produits sous forme de tôles ou bandes, le revenu donnant le maximum de résistance mécanique est désigné T6, lorsque la mise en forme par laminage ou filage est suivie d'une mise en solution séparée et d'une trempe.

10

Pour le dimensionnement d'une structure, les paramètres qui gouvernent le choix de l'utilisateur sont essentiellement les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture R_m , la limite élastique $R_{p0.2}$, et l'allongement à la rupture A . D'autres paramètres qui entrent en jeu, en fonction des besoins spécifiques de l'application visée, sont les caractéristiques mécaniques du joint soudé, la résistance à la corrosion (feuilletante et sous contrainte) de la tôle et du joint soudé, la résistance à la fatigue de la tôle et du joint soudé, la résistance à la propagation de fissures, la ténacité, la stabilité dimensionnelle après découpe ou soudage, la résistance à l'abrasion. Pour chaque utilisation visée, il faut trouver un compromis adapté entre ces différentes propriétés.

20

La possibilité de produire industriellement des produits laminés de qualité régulière avec un procédé de fabrication aussi simple que possible et un coût de production aussi bas que possible est également un facteur important pour le choix du matériau.

25

Pour les alliages 7xxx (Al-Zn-Mg), l'état de la technique propose plusieurs voies pour améliorer le compromis de propriétés.

Le brevet GB 1 419 491 (British Aluminium) divulgue un alliage soudable contenant 30 3,5 – 5,5 % de zinc, 0,7 – 3,0 % de magnésium, 0,05 – 0,30 % de zirconium,

optionnellement jusqu'à 0,05 % chacun de chrome et manganèse, jusqu'à 0,10 % de fer, jusqu'à 0,075 % de silicium, et jusqu'à 0,25 % de cuivre.

L'article « New weldable AlZnMg alloys » de B.J. Young, paru dans Light Metals Industry, novembre 1963, mentionne deux alliages de composition :

Zn 5,0 % Mg 1,25 % Mn 0,5 % Cr 0,15 % Cu 0,4 % et

Zn 4,5 % Mg 1,2 % Mn 0,3 % Cr 0,2 %.

L'article mentionne l'utilisation de ce type d'alliages pour bennes de camion et construction maritime.

10

Le brevet FR 1 501 662 (Vereinigte Aluminium-Werke Aktiengesellschaft) décrit un alliage soudable de composition

Zn 5,78 % Mg 1,62 % Mn 0,24 % Cr 0,13 % Cu 0,02 % Zr 0,17 %

utilisé sous forme de tôles d'épaisseur de 4 mm, après mise en solution pendant une heure à 480° C, trempe à l'eau et revenu en deux étapes (24 heures à 120 °C, puis 2 heures à 180 °C), pour la fabrication de blindages.

Le brevet US 5,061,327 (Aluminum Company of America) décrit un procédé de fabrication d'un produit laminé en alliage d'aluminium comportant la coulée d'une plaque, l'homogénéisation, le laminage à chaud, le réchauffage de l'ébauche à une température comprise entre 260 °C et 582 °C, son refroidissement rapide, un traitement de précipitation à une température comprise entre 93 °C et 288 °C, puis le laminage à froid ou à chaud à une température ne dépassant pas 288 °C.

25 **Problème posé**

Le problème auquel essaye de répondre la présente invention est tout d'abord d'améliorer le compromis de certaines propriétés d'alliages Al-Zn-Mg sous formes de tôles ou bandes, à savoir le compromis entre les caractéristiques mécaniques (déterminé sur le métal de base et sur le joint soudé), et la résistance à la corrosion (corrosion feuilletante et corrosion sous contrainte). Par ailleurs, on cherche à réaliser ces produits

30

avec une gamme de fabrication aussi simple et fiable que possible, permettant de les fabriquer avec un coût de fabrication aussi bas que possible.

Objet de l'invention

5

Le premier objet de la présente invention est un procédé d'élaboration d'un produit laminé intermédiaire en alliage d'aluminium de type Al-Zn-Mg, comprenant les étapes suivantes :

- a) on élabore par coulée semi-continue une plaque contenant (en pourcents massiques)
- | | | | | |
|--------------|-----------|--------------|-----------|-----------|
| Mg 0,5 – 2,0 | Mn < 1,0 | Zn 3,0 – 9,0 | Si < 0,50 | Fe < 0,50 |
| Cu < 0,50 | Ti < 0,15 | Zr < 0,20 | Cr < 0,50 | |
- le reste de l'aluminium avec ses inévitables impuretés, dans laquelle $Zn/Mg > 1,7$;
- b) on soumet ladite plaque à une homogénéisation et / ou à un réchauffage à une température T_1 , choisie telle que $500^{\circ}\text{C} \leq T_1 \leq (T_s - 20^{\circ}\text{C})$, où T_s représente la température de brûlure de l'alliage,
- c) on effectue une première étape de laminage à chaud comprenant une ou plusieurs passes de laminage sur un laminoir à chaud, la température d'entrée T_2 étant choisie telle que $(T_1 - 60^{\circ}\text{C}) \leq T_2 \leq (T_1 - 5^{\circ}\text{C})$, et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie T_3 soit telle que $(T_1 - 150^{\circ}\text{C}) \leq T_3 \leq (T_1 - 30^{\circ}\text{C})$ et $T_3 < T_2$;
- d) on refroidit la bande issue de ladite première étape de laminage à chaud par un moyen approprié à une température T_4 ;
- e) on effectue une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande sur un laminoir tandem, la température d'entrée T_5 étant choisie telle que $T_5 \leq T_4$ et $200^{\circ}\text{C} \leq T_5 \leq 300^{\circ}\text{C}$, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage T_6 soit telle que $(T_5 - 150^{\circ}\text{C}) \leq T_6 \leq (T_5 - 20^{\circ}\text{C})$.

Un deuxième objet est un produit susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, éventuellement après des étapes complémentaires d'écrouissage à froid et / ou de traitement thermique, qui montre une limite d'élasticité $R_{p0,2}$ d'au moins 250

MPa, une résistance à la rupture R_m d'au moins 280 MPa, et un allongement à la rupture d'au moins 8 %. Préférentiellement, $R_{p0,2}$ est d'au moins 290 MPa et R_m d'au moins 330 MPa

Un troisième objet est l'utilisation du produit obtenu par le procédé selon l'invention
5 pour la fabrication de constructions soudées.

Un autre objet est la construction soudée réalisée avec au moins deux produits susceptibles d'être obtenus par le procédé selon l'invention, caractérisée en ce que sa limite d'élasticité $R_{p0,2}$ dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins
10 200 MPa.

Description des figures

15 La figure 1 présente une gamme de fabrication typique dans un diagramme temps - température. Les repères chiffrés correspondent aux différentes étapes de procédé :

- | | |
|-----|---------------------------------------|
| (1) | Première étape de laminage à chaud |
| (2) | Refroidissement |
| (3) | Deuxième étape de laminage à chaud |
| (4) | Bobinage et refroidissement en bobine |

La figure 2 présente les éprouvettes employées pour les essais de corrosion feuilletante.

20 La figure 3 présente les éprouvettes employées pour les essais de corrosion sous contrainte. Les cotes sont données en millimètres.

La figure 4 donne le principe de l'essai de traction lente (corrosion sous contrainte).

La figure 5 compare la limite d'élasticité au sens L (points noirs reliés par la courbe noire) et la perte de masse lors d'un essai de corrosion feuilletante (barres) pour un
25 produit intermédiaire selon l'invention et cinq traitements thermiques différents dudit produit intermédiaire.

La figure 6 compare la microdureté Vickers dans la zone soudée pour trois différents échantillons soudés.

La figure 7 compare la résistance à la déchirure K_r en fonction de l'extension de la fissure (« delta a », ce qui signifie Δa) pour six tôles différentes.

- 5 La figure 8 compare la vitesse de propagation de fissures da/dn d'une tôle selon l'invention avec une tôle selon l'état de la technique.

Description détaillée de l'invention

- 10 Sauf mention contraire, toutes les indications relatives à la composition chimique des alliages sont exprimées en pourcent massique. Par conséquent, dans une expression mathématique, « 0,4 Zn » signifie : 0,4 fois la teneur en zinc, exprimée en pourcent massique ; cela s'applique mutatis mutandis aux autres éléments chimiques. La désignation des alliages suit les règles de The Aluminum Association, connues de l'homme du métier. Les états métallurgiques sont définis dans la norme européenne EN 15 515. La composition chimique d'alliages d'aluminium normalisés est définie par exemple dans la norme EN 573-3. Sauf mention contraire, les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture R_m , la limite élastique $R_{p0.2}$, et l'allongement à la rupture A , des tôles métalliques sont déterminées par un essai de traction selon la norme EN 10002-1, l'endroit et le sens du prélèvement des éprouvettes 20 étant définis dans la norme EN 485-1.

- La vitesse de propagation de fissures da/dN est déterminée selon la norme ASTM E647, la tolérance aux dommages K_R selon la norme ASTM E 561, la résistance à la corrosion exfoliante (appelée aussi corrosion feuilletante) est déterminée selon la norme ASTM 25 G34 (essai Exco) ou ASTM G85-A3 (essai Swaat) ; pour ces essais, ainsi que pour des essais encore plus spécifiques, des informations complémentaires sont données ci-dessous dans la description et dans les exemples.

- La demanderesse a trouvé de façon surprenante qu'on peut fabriquer des produits 30 laminés en alliage 7xxx qui montrent un très bon compromis de propriétés, notamment

à l'état soudé, à l'aide d'un procédé simplifié, dans lequel la mise en solution, la trempe et le revenu sont réalisés au cours de la transformation à chaud par laminage.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre sur des alliages Al-Zn-Mg dans une
5 large gamme de composition chimique : Zn 3,0 – 9,0 %, Mg 0,5 – 2,0 %, l'alliage pouvant également contenir Mn < 1,0 %, Si < 0,50 %, Fe < 0,50 %, Cu < 0,50 %, Cr < 0,50 %, Ti < 0,15 %, Zr < 0,20 %, ainsi que les inévitables impuretés.

La teneur en magnésium doit être comprise entre 0,5 et 2,0 % et préférentiellement entre
10 0,7 et 1,5 %. Au-dessous de 0,5 %, on obtient des propriétés mécaniques qui ne sont pas satisfaisantes pour beaucoup d'applications, et au-dessus de 2,0 %, on constate une détérioration de la résistance à la corrosion de l'alliage. Par ailleurs, au-dessus de 2,0 % de magnésium, la trempabilité de l'alliage n'est plus satisfaisante, ce qui nuit à l'efficacité du procédé selon l'invention.

15 La teneur en manganèse doit être inférieure à 1,0 % et préférentiellement inférieure à 0,60 %, pour limiter la sensibilité à la corrosion feuilletante et pour conserver une bonne trempabilité. Une teneur ne dépassant pas 0,20% est préférée.

20 La teneur en zinc doit être comprise entre 3,0 et 9,0 %, et préférentiellement comprise entre 4,0 et 6,0 %. Au-dessous de 3,0 %, les caractéristiques mécaniques sont trop faibles pour présenter un intérêt technique, et au-dessus de 9,0 %, on constate une détérioration de la résistance à la corrosion de l'alliage, ainsi qu'une dégradation de la trempabilité.

25 Le rapport Zn/Mg doit être supérieur à 1,7 pour permettre rester dans le domaine de composition qui bénéficie du durcissement structural.

La teneur en silicium doit être inférieure à 0,50 % afin de ne pas détériorer le comportement en corrosion ni la résistance à la déchirure. Pour ces mêmes raisons, la
30 teneur en fer doit être également inférieure à 0,50 %.

La teneur en cuivre doit être inférieure à 0,50 % et préférentiellement inférieure à 0,25%, ce qui permet de limiter la sensibilité à la corrosion par piqûres et de conserver une bonne trempabilité. La teneur en chrome doit être inférieure à 0,50 %, ce qui permet de limiter la sensibilité à la corrosion feuilletante et de conserver une bonne trempabilité. La teneur en titane doit être inférieure à 0,15 % et celle en zirconium inférieure à 0,20 %, afin d'éviter la formation de phases primaires néfastes ; pour le Zr, on préfère ne pas dépasser 0,15 %.

L'ajout d'un ou plusieurs éléments choisis dans le groupe formé par Sc, Y, La, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, Hf, Yb est avantageux ; leur concentration ne devrait pas dépasser les valeurs suivantes :

- Sc < 0,50 % et préférentiellement < 0,20 %
- Y < 0,34 % et préférentiellement < 0,17 %
- La < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %
- Dy < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %
- Ho < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %
- Er < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %
- Tm < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %
- Lu < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %
- Hf < 1,20 % et préférentiellement < 0,50 %
- Yb < 0,50 % et préférentiellement < 0,25 %

On entend ici par « trempabilité » l'aptitude d'un alliage à être trempé dans un domaine assez large de vitesses de trempe. Un alliage dit facilement trempable est donc un alliage pour lequel la vitesse de refroidissement au cours de la trempe n'influe pas fortement sur les propriétés d'usage (telles que l'a résistance mécanique ou la résistance à la corrosion).

Le procédé selon l'invention comporte les étapes suivantes :

- (a) La coulée d'une plaque de laminage en alliage d'aluminium selon l'une des méthodes connues, ledit alliage ayant la composition indiqué ci-dessus ;

- (b) L'homogénéisation et / ou le réchauffage de cette plaque de laminage à une température T_1 comprise entre 500°C et $(T_s - 20^{\circ}\text{C})$, où T_s représente la température de brûlure de l'alliage, pour une durée suffisante pour homogénéiser l'alliage et l'amener à une température convenable pour la suite du procédé ;
- 5 (c) Une première étape de laminage à chaud de ladite plaque, typiquement à l'aide d'un laminoir réversible, à une température d'entrée T_2 telle que $(T_1 - 60^{\circ}\text{C}) \leq T_2 \leq (T_1 - 5^{\circ}\text{C})$, et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie T_3 soit telle que $(T_1 - 150^{\circ}\text{C}) \leq T_3 \leq (T_1 - 30^{\circ}\text{C})$ et $T_3 < T_2$;
- (d) Le refroidissement de la bande issue de ladite première étape de laminage par un
10 moyen approprié à une température T_4 ;
- (e) Une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande, typiquement à l'aide d'un laminoir tandem, la température d'entrée T_5 étant choisie telle que $T_5 \leq T_4$ et $200^{\circ}\text{C} \leq T_5 \leq 300^{\circ}\text{C}$, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage T_6 soit telle que $(T_5 - 150^{\circ}\text{C}) \leq T_6 \leq (T_5 - 20^{\circ}\text{C})$.

15

La température de brûlure T_s est une grandeur connue de l'homme du métier, qui la détermine par exemple de manière directe par calorimétrie sur un échantillon brut de coulée, ou encore par calcul thermodynamique prenant en compte les diagrammes de phases. Les températures T_2 et T_5 correspondent à la température de la surface (le plus
20 souvent de la surface supérieure) de la plaque ou bande mesurée juste avant son entrée dans le laminoir à chaud ; l'exécution de cette mesure peut se faire selon les méthodes connues de l'homme du métier.

Dans un mode d'exécution avantageux, la température T_3 est choisie telle que $(T_1 - 100^{\circ}\text{C}) \leq T_3 \leq (T_1 - 30^{\circ}\text{C})$. Dans un autre mode d'exécution avantageux, T_2 est choisi
25 tel que $(T_1 - 30^{\circ}\text{C}) \leq T_2 \leq (T_1 - 5^{\circ}\text{C})$. Dans un autre mode d'exécution avantageux, T_6 est choisi tel que $(T_5 - 150^{\circ}\text{C}) \leq T_6 \leq (T_5 - 50^{\circ}\text{C})$.

Il est préférable de choisir la température T_3 de manière à ce qu'elle soit supérieure à la température de solvus de l'alliage. La température de solvus est déterminée par l'homme du métier à l'aide de la calorimétrie différentielle. Maintenir T_3 au-dessus de la
30 température de solvus permet de minimiser la précipitation grossière des phases de type MgZn_2 . Il est préféré que ces phases soient formées de manière contrôlée sous forme de

fins précipités lors du bobinage ou après le bobinage. Le contrôle de la température T_3 est donc particulièrement critique. La température T_4 est également un paramètre critique du procédé.

- 5 Entre les étapes b) et c), c) et d), et d) et e), la température ne doit pas descendre au-dessous de la valeur spécifiée. En particulier, il est souhaitable que la température d'entrée au laminoir à chaud lors de l'étape (e), qui est effectuée de manière avantageuse sur un laminoir tandem, soit sensiblement égale à la température de la bande après refroidissement, ce qui nécessite soit un transfert suffisamment rapide de la
- 10 bande d'un laminoir à l'autre, soit, de façon préférée, un procédé en ligne. Dans une réalisation préférée du procédé selon l'invention, les étapes b), c) d) et e) sont effectuées en ligne, c'est-à-dire qu'un élément de volume de métal donné (sous forme de plaque de laminage ou de bande laminée) passe d'une étape à l'autre sans stockage intermédiaire susceptible de conduire à une baisse incontrôlée de sa température qui
- 15 nécessiterait un réchauffage intermédiaire. En effet, le procédé selon l'invention est basé sur une évolution précise de la température au cours des étapes b), c), d) et e) ; la figure 1 illustre un mode de réalisation de l'invention.

- Le refroidissement à l'étape (d) peut se faire par tout moyen assurant un refroidissement
- 20 suffisamment rapide, tel que : l'immersion, l'aspersion, la convection forcée, ou une combinaison de ces moyens. A titre d'exemple, le passage de la bande à travers une cellule de trempe par aspersion, suivie du passage à travers un caisson de trempe par convection naturelle ou forcée, suivi d'un passage à travers une seconde cellule de trempe par aspersion donne de bons résultats. En revanche, le refroidissement pas
- 25 convection naturelle comme seul moyen n'est pas assez rapide, que ce soit en bande ou en bobine. D'une manière générale, à ce stade du procédé, le refroidissement en bobine ne donne pas de résultats satisfaisants.

- Après le bobinage (étape e)), on peut laisser refroidir la bobine. Le produit issue de
- 30 l'étape (e) peut être soumis à d'autres opérations telles que le laminage à froid, le revenu, ou le découpage. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, on soumet le

produit laminé intermédiaire selon l'invention à un écrouissage à froid compris entre 1 % et 9 %, et / ou à un traitement thermique complémentaire comprenant un ou plusieurs paliers à des températures comprises entre 80 °C et 250 °C, ledit traitement thermique complémentaire pouvant intervenir avant, après ou au cours dudit écrouissage à froid.

5

Le procédé selon l'invention est conçu de façon à pouvoir effectuer en ligne trois opérations de traitement thermique qui sont habituellement effectuées séparément : la mise en solution (effectuée selon l'invention au cours de la première étape de laminage à chaud), la trempe (effectuée selon l'invention lors du refroidissement de la bande), le
10 revenu (effectuée selon l'invention lors du refroidissement de la bobine). Plus particulièrement, le procédé selon l'invention peut être conduit de façon à ce qu'il ne soit pas nécessaire de réchauffer le produit une fois qu'il est entré dans le laminoir à chaud réversible, chaque étape dudit procédé se situant à une température plus basse que la précédente. Cela permet d'économiser de l'énergie. Le produit laminé intermédiaire
15 obtenu par le procédé selon l'invention peut être utilisé tel quel, c'est-à-dire sans le soumettre à d'autres étapes de procédé qui modifient son état métallurgique ; cela est préférable. Si nécessaire, il peut être soumis à d'autres étapes de procédé qui modifient son état métallurgique, tel qu'un laminage à froid.

20 Par rapport à un procédé qui effectue ces trois étapes séparément, le procédé selon l'invention peut conduire parfois, pour un alliage donné, à des caractéristiques mécaniques statiques légèrement moins bonnes. En revanche, dans certains cas, il conduit à une amélioration de la tolérance aux dommages, ainsi qu'à une amélioration de la résistance à la corrosion, surtout après le soudage. Ceci a été constaté en
25 particulier pour un domaine de composition restreint, comme il sera expliqué par la suite. Le compromis de propriétés que l'on obtient avec le procédé selon l'invention est au moins aussi intéressant que celui que l'on obtient par un procédé de fabrication classique, dans lequel la mise en solution, la trempe et le revenu sont effectués séparément et qui conduit à l'état T6. En revanche, le procédé selon l'invention est
30 beaucoup plus simple et moins coûteux que les procédés connus. Il conduit avantageusement à un produit intermédiaire dont l'épaisseur est comprise entre 3 mm et

12 mm ; au-dessus de 12 mm, le bobinage devient techniquement difficile, et au-dessous de 3 mm, outre les difficultés techniques du laminage à chaud dans cette zone d'épaisseur, la bande risque de se refroidir trop.

- 5 Comme cela sera expliqué ci-dessous, un domaine de composition préféré pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention est caractérisé par Zn 4,0 – 6,0 , Mg 0,7 – 1,5, Mn < 0,60, et préférentiellement Cu < 0,25. Des alliages montrant une bonne trempabilité sont préférés, et parmi ces alliages on préfère les alliages 7020, 7003, 7004, 7005, 7008, 7011, 7018, 7022 et 7108.

10

Une mise en œuvre particulièrement avantageuse du procédé selon l'invention se fait sur un alliage de type 7108 avec : $T_1 = 550\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_2 = 540\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_3 = 490\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_4 = 270\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_5 = 270\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_6 = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

- 15 Les produits en alliages Al-Zn-Mg selon l'invention peuvent être soudés par tous les procédés de soudage connus, tels que le soudage MIG ou TIG, le soudage par friction, le soudage par laser, le soudage par faisceau d'électrons. Des essais de soudage ont été effectués sur des tôles avec un chanfrein en X, soudées par soudage MIG semi-automatique en courant lisse, avec un fil d'apport en alliage 5183. Le soudage a été
- 20 effectué dans le sens perpendiculaire au laminage. Les essais mécaniques sur les éprouvette soudées ont été effectués selon une méthode préconisée par la société Det Norske Veritas (DNV) dans leur document « Rules for classification of Ships – Newbuildings – Materials and Welding – Part 2 Chapter 3 : Welding » de janvier 1996. Selon cette méthode, la largeur de l'éprouvette de traction est de 25 mm, le cordon est
- 25 arasé symétriquement et la longueur utile de l'éprouvette ainsi que la longueur de l'extensomètre utilisé est donnée par $(W+2.e)$ où le paramètre W désigne la largeur du cordon et le paramètre e désigne l'épaisseur de l'éprouvette.

- Plus particulièrement, la demanderesse a constaté que le soudage MIG des produits
- 30 selon l'invention conduit à des joints soudés caractérisés par une limite élastique et une limite à rupture plus grandes qu'avec un alliage fabriqué selon une gamme classique

(T6). Ce résultat, qui se traduit par un net avantage pour les constructions mécano-soudées, c'est-à-dire les constructions dans lesquelles la zone soudée exerce un rôle structural, est surprenant dans la mesure où les propriétés statiques du métal non soudé sont plutôt plus faibles qu'à l'état T6.

5

La résistance à la corrosion du métal de base et des joints soudés a été évaluée à l'aide des essais SWAAT et EXCO. L'essai SWAAT permet l'évaluation de la tenue en corrosion (notamment en corrosion feuilletante) des alliages d'aluminium de façon générale. Puisque le procédé selon la présente invention conduit à un produit avec une structure fortement fibrée, il est important de s'assurer que ledit produit résiste bien à la corrosion exfoliante, qui se développe principalement sur des produits montrant une structure fibrée. L'essai SWAAT est décrit dans l'annexe A3 de la norme ASTM G85. Il s'agit d'un essai cyclique. Chaque cycle, d'une durée de deux heures, consiste en une phase d'humidification de 90 minutes (humidité relative de 98%) et une période d'aspersion de trente minutes, d'une solution composée (pour un litre) de sel pour eau de mer artificielle (voir le tableau 1 pour la composition, qui est conforme à la norme ASTM D1141) et de 10ml d'acide acétique glacial. Le pH de cette solution est compris entre 2,8 et 3,0. La température pendant toute la durée d'un cycle est comprise entre 48°C et 50°C. Dans cet essai, les échantillons à tester sont inclinés de 15° à 30° par rapport à la verticale. L'essai a été effectué avec une durée de 100 cycles.

20

Tableau 1 : composition du sel pour eau de mer artificielle

	NaCl	MgCl ₂	Na ₂ SO ₄	CaCl ₂	KCl	NaHCO ₃	KBr	H ₃ BO ₃	SrCl ₂	NaF
g/l	24,53	5,20	4,09	1,16	0,69	0,20	0,10	0,027	0,025	0,003

L'essai EXCO, d'une durée de 96 heures, est décrit dans la norme ASTM G34. Il est principalement destiné à établir la résistance à la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium contenant du cuivre, mais peut également convenir pour les alliages Al-Zn-Mg (voir J.Marthinussen, S.Grjotheim, « Qualification of new aluminium alloys », 3rd International Forum on Aluminium Ships, Haugesund, Norvège, Mai 1998).

25

Pour ces deux types d'essai, des éprouvettes rectangulaires ont été utilisés, dont une face était protégée par une bande d'aluminium adhésive (afin de n'attaquer que l'autre face) et dont la face à attaquer était soit laissée telle quelle, soit usinée jusqu'à mi-épaisseur sur la moitié de la surface de l'échantillon, et laissée pleine épaisseur sur l'autre moitié. Les schémas des éprouvettes utilisées pour chacun des essais sont donnés aux figures 2 (corrosion feuilletante) et 3 (corrosion sous contrainte).

La demanderesse a constaté que le produit selon l'invention présentait une tenue en corrosion feuilletante équivalente à celle que l'on obtient pour le produit standard (alliage identique ou voisin à l'état T6).

Un produit particulièrement préféré selon l'invention contient entre 4,0 et 6,0 % de zinc, entre 0,7 et 1,5 % de magnésium, moins de 0,60 %, et encore plus préférentiellement moins de 0,20 % de manganèse, et moins de 0,25 % de cuivre. Un tel produit montre une perte de masse de moins de 1 g/dm² lors du testeSWAAT (100 cycles), et de moins de 5,5 g/dm² lors du test EXCO (96 h), avant revenu ou après un revenu correspondant au plus à 15 h à 140 °C.

La résistance à la corrosion sous contrainte a été caractérisée à l'aide de la méthode de la traction lente (« Slow Strain Rate Testing »), décrite par exemple dans la norme ASTM G129. Cet essai est plus rapide et plus discriminant que les méthodes consistant à déterminer la contrainte du seuil de non rupture en corrosion sous contrainte. Le principe de l'essai en traction lente, schématisé en figure 4, consiste à comparer les propriétés de traction en milieu inerte (air du laboratoire) et en milieu agressif. La baisse des propriétés mécaniques statiques en milieu corrosif correspond à la sensibilité à la corrosion sous contrainte. Les caractéristiques de l'essai de traction les plus sensibles sont l'allongement à rupture A et la contrainte maximale (à striction) R_m. On a utilisé l'allongement à rupture, qui est une grandeur nettement plus discriminante que la contrainte maximale. Il est toutefois nécessaire de s'assurer que la diminution des caractéristiques mécaniques statiques correspond effectivement à de la corrosion sous contrainte, définie comme action synergique et simultanée de la sollicitation mécanique

et de l'environnement. Il a donc été suggéré d'effectuer également des essais de traction en milieu inerte (air du laboratoire), après une pré-exposition préalable de l'éprouvette, sans contrainte, au milieu agressif, pendant la même durée que l'essai de traction effectué dans ce milieu. La sensibilité à la corrosion sous contrainte est alors définie à

5 l'aide d'un indice I défini comme :

$$I = \frac{A\%_{\text{Pr e-Expo}} - A\%_{\text{MilieuAgressif}}}{A\%_{\text{MilieuInerte}}}$$

Les aspects critiques de l'essai de traction lente concernent le choix de l'éprouvette de traction, de la vitesse de déformation et de la solution corrosive. Une éprouvette de
10 forme échancrée avec un rayon de courbure de 100 mm, ce qui permet de localiser la déformation et de rendre l'essai encore plus sévère, a été utilisée. Elle a été prélevée dans le sens Long ou Travers-Long. Concernant la vitesse de sollicitation, il est reconnu, notamment sur les alliages Al-Zn-Mg (voir l'article « Corrosion sous
contrainte de cristaux Al-5Zn-1,2Mg en milieu NaCl 30 g/l » par T. Magnin et C.
15 Dubessy, paru dans les Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, octobre 1985, pages 559 - 567), qu'une vitesse trop rapide ne permet pas aux phénomènes de corrosion sous contrainte de se développer, mais qu'une vitesse trop lente masque la corrosion sous contrainte. Dans un essai préliminaire, la demanderesse a déterminé la
vitesse de déformation de 5.10^{-7} s^{-1} (correspondant à une vitesse de déplacement de la
20 traverse de $4,5.10^{-4} \text{ mm/min}$) qui permet de maximiser les effets de la corrosion sous contrainte ; c'est cette vitesse qui a été ensuite choisie pour l'essai. Concernant l'environnement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où un milieu trop agressif masque la corrosion sous contrainte, mais où un environnement trop peu sévère ne permet pas de mettre en évidence de phénomène de corrosion. En
25 vue de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation, mais aussi de maximiser les effets de corrosion sous contrainte, on a utilisé pour cet essai une solution d'eau de mer synthétique (voir spécification ASTM D1141, avec composition rappelée dans le tableau 1). Pour chaque cas, trois éprouvettes au moins ont été testées.

La demanderesse a trouvé que le procédé selon l'invention permet d'obtenir des produits qui, pour un domaine de composition restreint par rapport au domaine de composition dans lequel le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre, à savoir Zn 4,0 – 6,0 %, Mg 0,7 – 1,5 %, Mn < 0,60 %, et Cu < 0,25 %, ont des caractéristiques microstructurales nouvelles. Ces caractéristiques microstructurales conduisent à des propriétés d'usage particulièrement intéressantes, et notamment à une meilleure résistance à la corrosion.

Dans ces produits selon l'invention, la largeur de la zone exempte de précipités (PFZ = precipitation-free zone) aux joints de grains est supérieure à 100 nm, préférentiellement comprise entre 100 à 150 nm, et encore plus préférentiellement de 120 à 140 nm ; cette largeur est bien supérieure à celle des produits comparables selon l'état de la technique (c'est à dire de même composition, même épaisseur et obtenus selon un procédé standard T6), pour lesquels cette valeur ne dépasse pas 60 nm. On constate également que les précipités de type MgZn_2 aux joints de grains ont une taille moyenne supérieure à 150 nm, et préférentiellement comprise entre 200 et 400 nm, alors que cette taille ne dépasse pas 80 nm dans les produits selon l'état de la technique. Par ailleurs, les précipités durcissants de type MgZn_2 sont nettement plus grossiers dans un produit selon l'invention que dans un produit comparable selon l'art antérieur. Cela indique que dans le procédé selon l'invention, la trempe n'est pas aussi rapide que dans un procédé classique avec mise en solution dans un four suivie d'une trempe séparée. Il est clair que le procédé selon l'invention ne permet d'éviter une certaine précipitation de phases grossières à partir de la température T_4 . Cependant, il faut veiller lors de l'exécution du procédé selon l'invention à ce que la vitesse de trempe soit suffisamment élevée, et d'obtenir la précipitation à une température aussi basse que possible. Lesdites phases ne doivent pas précipiter massivement à une température comprise entre T_4 et T_5 .

Ces analyses microstructurales quantitatives ont été effectuées par microscopie électronique à transmission avec une tension d'accélération de 120 kV sur des échantillons prélevés à mi-épaisseur dans le sens L-TL et amincies électrolytiquement par double jet dans un mélange 30 % HNO_3 + méthanol à -35°C sous une tension de 20 V.

On constate également que le produit obtenu par le procédé selon l'invention présente une structure granulaire fibrée, c'est à dire des grains dont l'épaisseur ou dont le rapport épaisseur / longueur est nettement plus faible que pour les produits selon l'état de la technique. A titre indicatif, pour un produit selon l'invention, les grains ont une taille dans le sens de l'épaisseur (travers-court) de moins de 30 μm , préférentiellement moins de 15 μm et encore plus préférentiellement moins de 10 μm , et un rapport épaisseur / longueur de plus de 60, et préférentiellement de plus que 100, alors que pour un produit comparable selon l'état de la technique, les grains ont une taille dans le sens de l'épaisseur (travers-court) supérieure à 60 μm et un rapport épaisseur / longueur nettement inférieur à 40.

Les tôles et bandes issues du procédé selon la présente invention, et notamment celles basées sur le domaine restreint de composition défini par Zn 4,0 – 6,0 %, Mg 0,7 – 1,5 %, Mn < 0,60 %, et préférentiellement Cu < 0,25 %, peuvent être avantageusement utilisés pour la construction de pièces d'automobiles, de véhicules industriels, de citernes routières ou ferroviaires, et pour la construction en milieu maritime.

Toutes les tôles et bandes issues du procédé selon la présente invention se prêtent particulièrement bien à la construction soudée ; elles peuvent être soudées par tous les procédés de soudage connus qui conviennent à ce type d'alliages. On peut souder des tôles selon l'invention entre elles, ou avec d'autres tôles en aluminium ou alliage d'aluminium, en utilisant un fil d'apport approprié. En soudant deux ou plusieurs tôles selon l'invention, il est possible d'obtenir des constructions présentant, après soudage, une limite d'élasticité (mesurée comme décrit ci-dessus) d'au moins 200 MPa. Dans une réalisation préférée, cette valeur est d'au moins 220 MPa. La résistance à la rupture du joint soudé est d'au moins 250 MPa, et dans une réalisation préférée d'au moins 280 MPa, et préférentiellement d'au moins 300 MPa, mesurée après une maturation d'au moins un mois. Dans une réalisation préférée, on obtient une zone affectée thermiquement qui montre une dureté d'au moins 100 HV, préférentiellement d'au

moins 110 HV, et encore plus préférentiellement d'au moins 115 HV ; cette dureté est au moins aussi grande que celle des tôles de base qui a la dureté la moins élevée.

De manière surprenante, la demanderesse a constaté que le produit obtenu par le
5 procédé selon l'invention, dans le domaine de composition préférentiel (Zn 4,0 – 6,0% ,
Mg 0,7 – 1,5% , Mn < 0,60 %), montre une résistance plus élevée à l'abrasion par le
sable que les produits comparables. Elle constate que cette résistance à l'abrasion ne
dépend pas de manière simple des caractéristiques mécaniques du produit, ni de sa
dureté, ni de sa ductilité. La structure fibrée dans le sens TC semble favoriser la
10 résistance à l'abrasion par le sable. Pour cette propriété d'usage, la supériorité du
produit issu du procédé selon l'invention tient à la combinaison entre une structure
fibrée particulière, inaccessible avec les procédés connus, et le niveau de
caractéristiques mécaniques que lui confère sa composition. La demanderesse a trouvé
que la résistance à l'abrasion par le sable du produit susceptible d'être obtenu par le
15 procédé selon l'invention, exprimée sous forme de perte de masse lors d'un essai décrit
dans l'exemple 10 ci-dessous, est inférieure à 0,20 g, et préférentiellement inférieure à
0,19 g pour une surface plane exposée de dimensions 15 x 10 mm.

Le produit selon l'invention a de bonnes propriétés de tolérance au dommage. Il peut
20 être utilisé comme élément structural en construction aéronautique. Dans une réalisation
préférée de l'invention, le produit montre une ténacité en contrainte plane K_R au sens T-
L, mesurée selon la norme ASTM E561 sur des éprouvettes de type CCT de largeur $w =$
760 mm et de longueur de fissure initiale $2a_0 = 253$ mm, d'au moins 165 MPa \sqrt{m} pour
un Δa_{eff} de 60 mm, et préférentiellement d'au moins 175 MPa \sqrt{m} . Sa résistance à la
25 propagation de fissures en fatigue est comparable à celle des tôles utilisées actuellement
comme revêtement de fuselage.

Le produit selon l'invention, et en particulier celui qui appartient au domaine de
composition restreint défini par Zn 4,0 – 6,0 % , Mg 0,7 – 1,5 % , Mn < 0,60 % , est ainsi
30 apte à être utilisé comme élément structural devant répondre à des exigences
particulières en tolérance au dommage (ténacité, résistance à la propagation de fissures

en fatigue). On appelle ici « élément de structure » ou « élément structural » d'une construction mécanique une pièce mécanique dont la défaillance est susceptible de mettre en danger la sécurité de ladite construction, de ses utilisateurs, des ses usagers ou d'autrui. Pour un avion, ces éléments de structure comprennent notamment les éléments
5 qui composent le fuselage (tels que la peau de fuselage (fuselage skin en anglais), les raidisseurs ou lisses de fuselage (stringers), les cloisons étanches (bulkheads), les cadres de fuselage (circumferential frames)), les ailes (tels que la peau de voilure (wing skin), les raidisseurs (stringers ou stiffeners), les nervures (ribs) et longerons (spars)) et l'empennage, ainsi que les profilés de plancher (floor beams), les rails de sièges (seat
10 tracks) et les portes. Bien évidemment, la présente invention ne concerne que les éléments de structure pouvant être fabriqués à partir de tôles laminées. Plus particulièrement, le produit selon l'invention est apte à être employé comme tôle de revêtement de fuselage, en assemblage classique (notamment riveté) ou en assemblage soudé.

15

Le procédé selon l'invention permet donc d'obtenir un produit nouveau doté d'une combinaison avantageuse de propriétés, telles que la résistance mécanique, la tolérance aux dommages, la soudabilité, la résistance à la corrosion exfoliante et à la corrosion sous contrainte, la résistance à l'abrasion, qui est particulièrement apte à être utilisé
20 comme élément de structure en construction mécanique. En particulier, il est apte à l'utilisation dans des véhicules industriels, ainsi que dans des équipements de stockage, de transport ou de manutention de produits granuleux, tels que bennes, réservoirs ou convoyeurs.

Par ailleurs, le procédé selon l'invention est particulièrement simple et rapide ; son coût
25 d'exploitation est plus bas que celui des procédés selon l'état de la technique susceptibles de conduire à des produits présentant des propriétés d'usage comparables.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples, qui n'ont toutefois pas de caractère limitatif. Les exemples 1 et 2 appartiennent à l'état de la technique. Les
30 exemples 3, 4, 8 et 9 correspondent à l'invention. Chacun des exemples 5, 6, 7, 9 et 10 compare l'invention à l'état de la technique.

Exemples

Exemple 1 :

- Cet exemple correspond à une gamme de transformation selon l'état de la technique. On
- 5 a élaboré par coulée semi-continue deux plaques A et B. Leur composition est indiquée au tableau 2. L'analyse chimique des éléments a été effectuée par fluorescence X (pour éléments Zn et Mg) et spectroscopie à étincelle (autres éléments) sur un pion obtenu à partir de métal liquide prélevé dans le chenal de coulée.
- 10 Les plaques de laminage ont été réchauffées pendant 22 heures à 530°C et laminées à chaud dès qu'elle avaient atteintes, en sortie du four, une température de 515°C. Les bandes laminées à chaud ont été bobinées à l'épaisseur 6 mm, le procédé étant conduit de façon à ce que la température, mesurée sur les rives de la bobine après l'enroulement complet (à mi-épaisseur de l'enroulement) soit comprise entre 265°C et 275°C, cette
- 15 valeur étant la moyenne entre 2 mesures effectuées aux deux côtes de la bobine. Après laminage à chaud, les bobines ont été débitées et une partie des tôles obtenues a été laminée à froid jusqu'à l'épaisseur 4 mm.

Tableau 2

Alliage	Mg	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Zr	Ti	Cr
A	1,20	4,48	0,12	0,12	0,21	0,10	0,12	0,036	0,25
B	1,15	4,95	0,006	0,04	0,10	0,13	0,11	0,011	0,05

20

- Après laminage, toutes les tôles ont été mises en solution en four à air pendant 40 minutes à des températures comprises entre 460°C et 560°C, trempées à l'eau et tractionnées d'environ 2%. Une partie des produits ainsi obtenus a été caractérisée tel quel, à l'état T4, ce qui correspond à la Zone Affectée Thermiquement des soudures.
- 25 L'autre partie a été soumise à un traitement de revenu T6 comprenant un palier de 4 heures à 100°C suivi d'un palier de 24 heures à 140°C.

Les produits à l'état T4 ont été caractérisés uniquement en corrosion feuilletante (tests EXCO et SWAAT) car il est connu (voir notamment l'article « The stress corrosion susceptibility of aluminum alloy 7020 welded sheets » par M.C. Reboul, B. Dubost et M. Lashermes, paru dans la revue Corrosion Science, vol 25, no 11, p. 999-1018, 1985) que c'est l'état le plus sensible à la corrosion feuilletante pour les alliages Al-Zn-Mg. Sur les produits à l'état T6, la limite élastique a été mesurée en sens Travers-Long et la tenue à la corrosion feuilletante (perte de masse après test SWAAT sur éprouvette pleine épaisseur ou sur éprouvette usinée à cœur sur la moitié de sa surface) a été évaluée. La sensibilité à la corrosion sous contrainte a été déterminée dans les deux directions, uniquement à l'état T6 car il est connu (voir l'article de Reboul et al. cité ci-dessus) que c'est l'état le plus sensible à la corrosion sous contrainte. Les résultats sont donnés dans les tableaux 3 et 4. La première lettre du repère de la tôle désigne la composition, la seconde la gamme de laminage (C = chaud à 6 mm, F = chaud + froid à 4 mm) et la dernière la température de mise en solution (B = basse à 500°C, H = haute à 560°C).

Tableau 3

Repère Tôle	Epaisseur [mm]	Mise en solution	$R_{p0.2}$ (TL) Etat T6 [MPa]	Test SWAAT Usinée sur moitié [Δm en g/dm ²]		Test SWAAT Pleine épaisseur [Δm en g/dm ²]	
				T4	T6	T4	T6
ACB	6mm	500°C	359	1.15	1.08	1.44	0.52
ACH		560°C	362	0.80	0.76	1.24	0.56
AFB	4mm	500°C	362	Non caractérisé		1.14	0.30
AFH		560°C	362			1.10	0.58
BCB	6mm	500°C	362	0.65	0.68	1.10	0.36
BCH		560°C	375	0.47	0.48	0.66	0.30
BFB	4mm	500°C	362	Non caractérisé		0.74	0.32
BFH		560°C	365			0.52	0.32

On observe que la sensibilité à la corrosion feuilletante est plus faible pour l'alliage selon la composition B (à procédé d'élaboration et conditions d'essai identiques). Cette sensibilité est nettement plus forte à l'état T4 qu'à l'état T6. Elle diminue lorsque la

température de mise en solution augmente ou lorsque l'alliage subit une étape de laminage à froid.

Tableau 4

Tôle	Epaisseur [mm]	Mise en solution	Sens de solicitation	A% Air Labo	A% Eau de Mer	A% Pré-Expo	I = Indice de CSC
ACB	6mm	500°C	Long	16.2	14.9	15.8	5.5%
			Travers	15.1	14.7	15.1	2.6%
ACH		560°C	Long	16.7	15.1	16.3	7.2%
			Travers	14.7	13.4	14.5	7.5%
AFB	4mm	500°C	Long	17.0	15.3	16.1	4.7%
AFH		560°C	Long	16.2	15.5	16.4	5.5%
BCB	6mm	500°C	Long	16.1	14.2	16.1	11.8%
			Travers	17.0	15.6	16.8	7.0%
BCH		560°C	Long	15.2	13.1	15.1	13.1%
			Travers	16.0	12.8	16.0	20.0%
BFB	4mm	500°C	Long	15.2	13.7	15.3	10.5%
BFH		560°C	Long	15.2	12.2	15.2	19.7%

5

On observe que la sensibilité à la corrosion sous contrainte (CSC) est plus élevée pour l'alliage selon la composition B. Cette sensibilité augmente avec la température de mise en solution.

10 Exemple 2 :

Les tôles issues de l'exemple 1, laminées à 6 mm et mises en solution à 560°C, désignées ACH et BCH, ont été soudées à l'état T6. La soudure s'est faite dans le sens Travers-Long, avec un chanfrein en X, par un procédé MIG semi-automatique en courant lisse, avec un fil d'apport en alliage 5183 (Mg 4,81 %, Mn 0,651 %, Ti 0,120 %
 15 %, Si 0,035 %, Fe 0,130 %, Zn 0,001 %, Cu 0,001 %, Cr 0,075 %) de diamètre 1,2mm, fourni par la société Soudure Autogène Française.

Les éprouvettes de traction (largeur 25 mm, cordon arasé symétriquement, longueur utile de l'éprouvette et longueur de l'extensomètre égales à (W+2 e) où W désigne le
 20 largeur du cordon et e l'épaisseur de l'éprouvette) ont été prélevées dans le sens long, perpendiculairement à la soudure, de façon à ce que le joint se trouve au milieu. La

- caractérisation s'est faite 19, 31 et 90 jours après soudage, car l'homme du métier sait que pour ce type d'alliages, les propriétés mécaniques après soudage augmentent fortement durant les premières semaines de maturation. Des éprouvettes usinées à mi-épaisseur sur la moitié de leur surface ont été également soumises aux tests SWAAT et
- 5 EXCO. Les résultats sont présentés dans les tableaux 5 (pour les propriétés sur le métal de base à l'état T6) et 6 (propriétés sur le métal soudé).

Tableau 5

Tôle	$R_{p0,2}$ (L) [MPa]	R_m (L) [MPa]	A% (L) [%]	Perte de masse Δm [g/dm ²]		Cotation en corrosion feuilletante	
				SWAAT 100 cycles	EXCO 96h	SWAAT 100 cycles	EXCO 96h
ACH	351	378	17	0.76	4.68	EA	EA
BCH	351	376	16.9	0.48	3.25	Pc	Pc

10

Tableau 6

Tôle	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	Cotation de la zone soudée	
	19 jours après soudage		31 jours après soudage		90 jours après soudage		SWAAT 100 cycles	EXCO 96h
ACH	216	346	219	354	236	358	EB	EB
BCH	194	321	197	325	218	328	EB	EB

- On constate que l'alliage selon la composition B présente des propriétés mécaniques après soudage moins intéressantes que l'alliage selon la composition A. Après soudage,
- 15 la résistance en corrosion feuilletante des deux alliages est dégradée par rapport au comportement du métal de base.

Exemple 3 :

Cet exemple correspond à la présente invention. On a élaboré par coulée semicontinue une plaque C. Sa composition est identique à celle de la plaque B issue de l'exemple 1. La plaque a été laminée à chaud, après un réchauffage de 13 heures à 550°C (durée au palier) suivi d'un palier de laminage à 540°C. La première étape, au laminoir réversible, a amené la plaque à une épaisseur de 15,5 mm, la température de sortie du laminoir étant d'environ 490°C. La plaque laminée a ensuite été refroidie par aspersion et par convection naturelle jusqu'à une température de l'ordre de 260°C. A cette température, elle a été entrée dans un laminoir tandem (3 cages), laminée jusqu'à l'épaisseur finale de 6 mm, et bobinée. La température d'enroulement de la bobine, mesurée comme dans l'exemple 1, est de 150°C environ. Une fois refroidie naturellement, la bobine a été débitée en tôles. Celles ci ont été planées et n'ont subi aucune autre opération de déformation.

15 Comme aux exemples 1 et 2, les tôles obtenues (repère « C ») ont été caractérisées brutes de fabrication (caractéristiques mécaniques statiques sens Long et Travers-Long, corrosion feuilletante et sous contrainte) et après soudage (caractéristiques mécaniques statiques, corrosion feuilletante). Le soudage a été effectué simultanément au soudage de l'exemple 2, et selon la même méthode. Des éprouvettes usinées à mi-épaisseur sur la moitié de leur surface ont été soumises aux tests SWAAT et EXCO. Les résultats sont rassemblés dans les Tableaux 7 et 8 (tôles non soudées) et dans le Tableau 9 (tôles soudées).

Tableau 7

Repère Tôle	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A% [%]	Perte de masse Δm en g/dm ²		Cotation en corrosion feuilletante	
				SWAAT 100 cycles	EXCO 96h	SWAAT 100 cycles	EXCO 96h
C	305 (L)	344 (L)	14.4 (L)	0.85	5.1	EA	EA/EB
	330 (TL)	356 (TL)	13.3 (TL)				

Tableau 8

Repère Tôle	Epaisseur [mm]	Sens de solicitation	A% Air Labo	A% Eau de Mer	A% Pré-Expo	I = Indice de CSC
C	6 mm	<i>Travers</i>	13.1	10.8	13.5	20%

5

Tableau 9

Tôle	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	Cotation de la zone soudée	
	19 jours après soudage		31 jours après soudage		90 jours après soudage		SWAAT 100 cycles	EXCO 96h
C	223	338	235	338	245	340	EB	EB

La tôle brute (non soudée) selon l'invention présente une résistance à la corrosion feuilletante inférieure à celle de la tôle BCH, fabriquée à partir de la même composition mais avec un procédé de fabrication beaucoup plus complexe. En revanche, sa résistance en corrosion sous contrainte est équivalente.

Après soudage, la tôle selon l'invention présente une résistance mécanique très nettement supérieure à celle des tôles ACH et BCH élaborées avec un procédé selon l'art antérieur. Sa résistance à la corrosion feuilletante sur joint soudé est équivalente.

On constate que le procédé selon l'invention effectue le bobinage à une température d'environ 120 °C inférieure au procédé selon l'état de la technique de l'exemple 1.

Exemple 4 :

5

La tôle repérée « C » issue de l'exemple 3 a été soumise à des traitements thermiques complémentaires de type revenu à une température de 140°C. Les échantillons ainsi obtenus ont ensuite été caractérisés comme dans l'exemple 3 (caractéristiques mécaniques statiques sens L et corrosion feuilletante). Les résultats sont rassemblés au

10 tableau 10 et sur la figure 5 (les points noirs et la ligne noire correspondent à la limite d'élasticité, et les barres à la perte de masse lors de l'essai SWAAT).

Tableau 10

Traitement thermique	R _{p0,2} (L) [MPa]	R _m (L) [MPa]	A% (L) [%]	Perte de masse Δm en g/dm ²		Cotation en corrosion feuilletante
				SWAAT 100 cycles	EXCO 96h	SWAAT 100 cycles
Aucun (« C »)	305	344	14.4	0.85	5.1	EA
3h 140°C	299	336	15.1	0.97	5.0	EA
6h 140°C	294	332	15.3	0.89	5.2	Pc/EA
9h 140°C	297	335	15.3	0.69	4.0	Pc/EA
12h 140°C	293	332	15.3	0.71	4.1	Pc/EA
15h 140°C	289	330	15.5	0.67	3.8	Pc

15

Ce résultat montre que le comportement en corrosion feuilletante du produit selon l'invention peut être très sensiblement amélioré par un simple traitement complémentaire de revenu ou bien par une température de bobinage légèrement plus élevée, et ce probablement sans dégradation des propriétés mécaniques après soudage.

Exemple 5 :

La microstructure des échantillons ACH, BCH, BFH et C des exemples 1, 2 et 3 a été caractérisée par microscopie électronique à balayage avec canon à émission de champ (FEG-SEM, en mode BSE (électrons rétrodiffusés), tension d'accélération 15 kV, diaphragme 30 μm , distance de travail 10 mm, effectué sur coupe polie au sens de prélèvement L-TC avec dépôt conducteur Pt/Pd) et par microscopie électronique à transmission (TEM, sens de prélèvement L-TL, préparation de lames par amincissement électrochimique à double jet avec 30 % HNO_3 dans du méthanol à -35°C avec un potentiel de 20 V). Tous les échantillons étaient prélevés à mi-épaisseur de la tôle.

On observe des différences importantes entre les échantillons ACH, BCH et BFH d'une part, et l'échantillon C d'autre part :

- La largeur de la zone exempte de précipités (PFZ = precipitation-free zone) aux joints de grains est de l'ordre de 25 à 35 nm dans les échantillons ACH, BCH et BFH, alors qu'elle est de l'ordre de 120 à 140 nm dans l'échantillon C.
- Les précipités de type MgZn_2 aux joints de grains ont une taille moyenne de l'ordre de 30 à 60 nm dans les échantillons ACH, BCH et BFH, alors qu'ils ont une taille moyenne comprise entre 200 et 400 nm dans l'échantillon C.

Exemple 6 :

Une tôle ACH, une tôle BCH (élaborées comme décrit dans l'exemple 1) et une tôle C (élaborée selon l'invention comme décrit dans l'exemple 3) ont été soudées dans le sens TL (Travers-Long) comme décrit dans les exemples 2 et 3. Sur une coupe polie à travers le joint soudé (plan TC-L), on a ensuite déterminé la microdureté du joint par des mesures successives disposées sur une droite perpendiculaire au joint. On trouve les valeurs indiquées sur le tableau 11 et la figure 6. Le paramètre Dist [mm] indique la distance du point de mesure par rapport au cœur du cordon de soudure. Les valeurs de dureté sont données en Hv (Dureté Vickers).

Tableau 11

Dist	-19	-18	-17	-16	-15	-14	-12	-11	-10	-9	-8	-7	-6,5
ACH	128	125	129	128	125	124	127	113	120	114	115	111	113
BCH	125	123	130	126	131	124	123	121	107	109	111	104	114
C	107	114	113	116	109	110	104	104	107	105	102	103	104
Dist	-6	-5,5	-5	-4,5	-4	-3,5	-3	-2,5	-2	-1,5	-1	-0,5	0
ACH	112	110	110	109	109	107	113	112	111	118	111	110	107
BCH	109	109	109	112	110	108	106	109	107	111	105	75	74
C	112	121	119	118	118	119	118	111	110	115	118	94	87
Dist	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5	5,5	6	7
ACH	110	108	113	113	117	120	125	114	112	111	115	119	118
BCH	81	77	109	105	106	99	109	109	115	107	104	108	112
C	88	89	115	111	112	115	116	119	120	123	122	117	101
Dist	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18		
ACH	123	127	133	125	139	140	135	134					
BCH	111	117	107	128	124	134	131	135	129	130	135		
C	102	104	103	108	105	109	104	109	105	106	109		

On constate une influence du procédé de fabrication de la tôle de base sur les caractéristiques du joint soudé obtenu avec cette tôle de base : un joint soudé élaboré avec une tôle C, fabriquée par le procédé selon l'invention, montre une dureté nettement plus élevée dans la zone affectée thermiquement (HAZ = heat-affected zone) du joint de soudure (Dist = [-5,5 , -1,5] et [+1,5 , +5,5]) qu'un joint soudé élaboré avec une tôle BCH, de même composition mais fabriquée selon un procédé connu. Par ailleurs, la zone affectée thermiquement présente une dureté supérieure à celle du métal de base pour la tôle C fabriquée par le procédé selon l'invention, ce qui est tout à fait inhabituel.

Tableau 13

tôle	C	6056-1	6056-2	6056-3	6056-4	6056-5
Δa_{eff} [mm]	Ténacité en contrainte plane K_R [MPa \sqrt{m}]					
10	87	90	81	88	86	82
20	117	109	106	111	105	99
30	138	121	124	128	117	110
40	156	130	139	141	124	118
50	170	137	152	153	129	125
60	182		163	164	133	131
70	193		173	173	135	136
80	203		183	182	136	140

On constate que le produit selon l'invention montre une meilleure ténacité en contrainte plane K_R qu'un produit de référence connu, alors que la vitesse de propagation de fissures da/dN (T-L) aux valeurs de ΔK élevées est sensiblement comparable.

Exemple 8 :

On a élaboré selon le procédé de la présente invention un alliage dont composition est indiquée dans le tableau 14.

Tableau 14

Alliage	Mg	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Zr	Ti	Cr
S	1,23	5,00	0,01	0,03	0,09	0,01	0,14	0,03	0,002

Les paramètres essentiels du procédé, appelé ici S1, étaient :

$$T_1 = 550^\circ\text{C}, \quad T_2 = 520^\circ\text{C}, \quad T_4 = 267^\circ\text{C}, \quad T_5 = 267^\circ\text{C}, \quad T_6 = 210^\circ\text{C}$$

La température T_5 était de 603°C (valeur obtenue par calcul numérique). L'épaisseur finale de la bande était de 6 mm, sa largeur 2400 mm.

On constate que la produit final ne montre aucune recristallisation. Dans le plan L/TC, on observe à mi-épaisseur une microstructure fibrée, avec une épaisseur des grains de l'ordre de 10 μm .

Des tôles représentatives, débitées en pleine largeur au milieu de la bobine, montraient à mi-largeur les caractéristiques mécaniques indiquées sur le tableau 15 :

Tableau 15

$R_{p0,2}$ (L) [MPa]	R_m (L) [MPa]	A% (L) [%]	$R_{p0,2}$ (TL) [MPa]	R_m (TL) [MPa]	A% (TL) [%]
275	236	15,9	279	249	16,4

10

La résistance à la corrosion, évaluée par l'essai EXCO, était de EA en surface et à mi-épaisseur. La résistance à la corrosion, évaluée par l'essai SWAAT, était de P en surface et à mi-épaisseur, et la perte de masse était de 0,52 g/dm^2 en surface et de 0,17 g/dm^2 à mi-épaisseur.

15

Exemple 9 :

On a élaboré selon le procédé de la présente invention un alliage dont composition est indiquée dans le tableau 16.

20

Tableau 16

Alliage	Mg	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Zr	Ti	Cr
U	1,23	5,07	0,19	0,05	0,12	0,07	0,10	0,03	0,002

Quatre bobines (largeur 2415 mm) ont été préparées avec des conditions de transformation différentes. En plus, une bobine de composition S (appelée ici S2) selon l'exemple 8 a été transformée (largeur 1500 mm).

25

Les paramètres essentiels du procédé étaient (toutes les températures en $^{\circ}\text{C}$):

Tableau 17

bobine	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅	T ₆
U1	550	528	435	277	277	240
U2	550	508	445	256	256	220
U3	550	517	405	289	289	200
U4	550	499	430	264	264	200
S2	550	535	460	272	272	155

- 5 La température T_s pour l'alliage U était de 600°C (valeur obtenue par calcul numérique). L'épaisseur des bandes U3 et U4 était de 6 mm, celle des bandes U1, U2 et S2 de 8 mm.

- Des tôles représentatives, débitées en pleine largeur au milieu de la bobine, montraient à
- 10 mi-largeur les caractéristiques mécaniques indiquées sur le tableau 18 :

Tableau 18

bobine	R _{p0,2} (L) [MPa]	R _m (L) [MPa]	A% (L) [%]
U1	298	265	13,5
U2	358	335	11,4
U3	317	294	13,2
U4	352	334	13,4
S2	332	307	11,9

Exemple 10 :

On a comparé la microstructure et la résistance à l'abrasion de différentes tôles obtenues par le procédé selon l'invention (repère 7108 F7) et selon l'état de la technique (repères 5086 H24, 5186 H24, 5383 H34, 7020 T6, 7075 T6 et 7108 T6). Le tableau 19 rassemble des résultats concernant les caractéristiques mécaniques et la microstructure de ces tôles.

Tableau 19

Repère	R _{p0,2} (L) [MPa]	R _m (L) [MPa]	A% (L) [%]	Dureté (HV)	Longueur moyenne du grain [μm]		
					Sens TC	Sens L	Sens TL
5086 H24	254	327	17	92	10	300	150
5186 H24	270	335	17	94	19	200	110
5383 H34	279	374	18	105	8	190	165
7020 T6	335	371	15	132	33	200	220
7075 T6	541	607	11	191	24	220	155
7108 T6	360	395	17,5	125	100	390	320
7108 F7	305	344	14,5	112	8	500	290

Le matériau 7108 T6 avait la composition de l'alliage B de l'exemple 2, et était proche du matériau BCH. Le matériau 7108 F7 a la même composition B de l'exemple 2.

La résistance à l'abrasion a été caractérisée à l'aide d'un dispositif original qui reproduit les conditions telles qu'elles peuvent se présenter par exemple lors du chargement, du transport et du déchargement de sable dans une benne. Cet essai consiste à mesurer la perte de masse d'un échantillon soumis à un mouvement vertical de va-et-vient dans un réservoir rempli de sable. Le diamètre du réservoir est d'environ 30 cm, la hauteur du sable d'environ 30 cm. Le porte-échantillon est fixé sur une tige verticale reliée à un vérin à double-effet qui assure le mouvement vertical de va-et-vient de la tige. Le porte-échantillon se présente sous la forme d'une pyramide avec un angle de 45°. C'est la pointe de la pyramide qui plonge dans le sable. Les échantillons à tester, de dimension

15 x 10 x 5 mm, sont encastrés dans les faces de la pyramide de manière à ce que leur surface soit tangente à celle de la face correspondante de la pyramide ; c'est la face correspondant au plan L-TL (dimension 15 x 10 mm) qui est exposée au sable. La profondeur de pénétration de l'échantillon dans le sable était de 200 mm.

- 5 Le même mode opératoire a été utilisé pour tous les échantillons. Il implique le dégraissage à l'acétone de l'échantillon, le remplissage du réservoir avec la même quantité du même sable normalisé (sable selon NF EN 196-1), l'arrêt de la machine tous les 1000 cycles et remplacement du sable usé par du sable neuf, le pesage des échantillons tous les 2000 cycles (précédé d'un nettoyage à l'acétone et à l'air comprimé), l'arrêt de l'essai après 10 000 cycles. Les résultats sont donnés dans le tableau 20 :

Tableau 20

Repère	Face testée	Perte de masse [g] à 10 000 cycles
5086 H24	Brute	0,198
5186 H24	Brute	0,233
5383 H34	Brute	0,193
7020 T6	Brute	0,252
7075 T6	Brute	0,225
7108 T6	Usinée	0,199
7108 F7	Usinée	0,175

- 15 Les valeurs de perte de masse indiquées sont la moyenne entre trois essais ; l'intervalle de confiance est de l'ordre de $\pm 0,01$ à $0,02$ g ; cela souligne la bonne répétabilité de cet essai.

- Le tableau 19 montre la microstructure très particulière du produit obtenu par le procédé selon la présente invention, en comparant les deux produits en alliage 7108, l'un (repère T6) obtenu selon un procédé connu, l'autre (repère F7) selon le procédé qui fait l'objet de la présente invention. Le tableau 20 montre l'effet de cette microstructure sur la résistance à l'abrasion. On voit immédiatement que le produit selon l'invention résiste mieux à l'abrasion que le produit standard 5086 H24. Cela souligne sa bonne aptitude à l'utilisation dans des véhicules industriels, ainsi que dans des équipements de stockage et de manutention de produits granuleux, tels que bennes, réservoirs, ou convoyeurs.

Revendications

- 1) Procédé d'élaboration d'un produit laminé intermédiaire en alliage d'aluminium de type Al-Zn-Mg, comprenant les étapes suivantes :
- 5 a) on élabore par coulée semi-continue une plaque contenant (en pourcents massiques)
- | | | | | |
|--------------|-----------|--------------|-----------|-----------|
| Mg 0,5 – 2,0 | Mn < 1,0 | Zn 3,0 – 9,0 | Si < 0,50 | Fe < 0,50 |
| Cu < 0,50 | Ti < 0,15 | Zr < 0,20 | Cr < 0,50 | |
- le reste de l'aluminium avec ses inévitables impuretés, dans laquelle $Zn/Mg > 1,7$,
- 10 b) on soumet ladite plaque à une homogénéisation ou un réchauffage à une température T_1 , choisie telle que $500\text{ °C} \leq T_1 \leq (T_s - 20\text{ °C})$, où T_s représente la température de brûlure de l'alliage,
- c) on effectue une première étape de laminage à chaud comprenant une ou plusieurs passes de laminage sur un laminoir à chaud, la température d'entrée T_2
- 15 étant choisie telle que $(T_1 - 60\text{ °C}) \leq T_2 \leq (T_1 - 5\text{ °C})$, et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie T_3 soit telle que $(T_1 - 150\text{ °C}) \leq T_3 \leq (T_1 - 30\text{ °C})$ et $T_3 < T_2$;
- d) on refroidit rapidement la bande issue de ladite première étape de laminage à chaud à une température T_4 ;
- 20 e) on effectue une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande, la température d'entrée T_5 étant choisie telle que $T_5 \leq T_4$ et $200\text{ °C} \leq T_5 \leq 300\text{ °C}$, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage T_6 soit telle que $(T_5 - 150\text{ °C}) \leq T_6 \leq (T_5 - 20\text{ °C})$.
- 25 2) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en zinc de l'alliage est comprise entre 4,0 et 6,0 %, la teneur en Mg est comprise entre 0,7 et 1,5 %, et la teneur en Mn est inférieure à 0,60 %.
- 3) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que $Cu < 0,25\text{ %}$.

- 4) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'alliage est choisi dans le groupe formé par les alliages 7020, 7108, 7003, 7004, 7005, 7008, 7011, 7022.
- 5) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'alliage contient en plus un ou plusieurs des éléments choisis dans le groupe formé par Sc, Y, La, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, Hf, Yb avec une concentration ne dépassant pas les valeurs suivantes :
- Sc < 0,50 % et préférentiellement < 0,20 %,
Y < 0,34 % et préférentiellement < 0,17 %,
- La, Dy, Ho, Er, Tm, Lu < 0,10 % chaque et préférentiellement < 0,05 % chaque,
Hf < 1,20 % et préférentiellement < 0,50 %,
Yb < 0,50 % et préférentiellement < 0,25 %.
- 6) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit produit laminé intermédiaire a une épaisseur comprise entre 3 mm et 12 mm.
- 7) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit produit laminé intermédiaire est soumis à un écrouissage à froid compris entre 1 % et 9 %, et / ou à un traitement thermique complémentaire comprenant un ou plusieurs paliers à des températures comprises entre 80°C et 250°C, ledit traitement thermique complémentaire pouvant intervenir avant, après ou au cours dudit écrouissage à froid.
- 8) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la température T_3 est telle que $(T_1 - 100^\circ\text{C}) \leq T_3 \leq (T_1 - 30^\circ\text{C})$, et / ou en ce que la température T_2 est telle que $(T_1 - 30^\circ\text{C}) \leq T_2 \leq (T_1 - 5^\circ\text{C})$.
- 9) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la température T_3 est supérieure à la température de solvus de l'alliage.

- 10) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'alliage est l'alliage 7108, et les températures T_1 à T_6 sont respectivement :
 $T_1 = 550\text{ °C}$, $T_2 = 540\text{ °C}$, $T_3 = 490\text{ °C}$, $T_4 = 270\text{ °C}$, $T_5 = 270\text{ °C}$, $T_6 = 150\text{ °C}$.
- 5 11) Produit susceptible d'être obtenu par le procédé selon une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que sa limite d'élasticité $R_{p0,2}$ est au moins 250 MPa, sa résistance à la rupture R_m est au moins 280 MPa, et son allongement à la rupture est au moins 8 %.
- 10 12) Produit selon la revendication 11, caractérisé en ce que sa limite d'élasticité $R_{p0,2}$ est au moins 290 MPa et que sa résistance à la rupture R_m est au moins 330 MPa.
- 13) Produit selon une quelconque des revendications 11 ou 12, caractérisé en ce que sa teneur en zinc est comprise entre 4,0 et 6,0 %, sa teneur en Mg est comprise entre 0,7 et 1,5%, et sa teneur en Mn inférieure à 0,60% (et préférentiellement inférieure à 0,25 %).
- 15 14) Produit selon la revendications 13, caractérisé en ce que sa teneur en cuivre est inférieure à 0,25%.
- 15) Produit selon une quelconque des revendications 13 ou 14, caractérisé en ce que la largeur des zones exemptes de précipités aux joints de grains dudit produit est supérieure à 100 nm, préférentiellement comprise entre 100 nm et 150 nm et encore plus préférentiellement comprise entre 120 nm et 140 nm.
- 20 16) Produit selon la revendication 15, caractérisé en ce que les précipités de type $MgZn_2$ aux joints de grains ont une taille moyenne supérieure à 150 nm, et préférentiellement comprise entre 200 nm et 400 nm.
- 25 17) Produit selon une quelconque des revendications 11 à 16, caractérisé en ce qu'il présente une structure fibrée avec des grains présentant dans le sens travers-court une épaisseur de moins de 30 μm , préférentiellement de moins de 15 μm , et encore plus préférentiellement moins de 10 μm .

- 18) Produit selon la revendication 17, caractérisée en ce qu'il présente une structure fibrée caractérisée par un rapport épaisseur / longueur de grains de plus de 60, et préférentiellement de plus de 100.
- 19) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 11 à 18
5 pour la fabrication de constructions soudées.
- 20) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 11 à 18 pour la construction de citernes routières ou ferroviaires.
- 21) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 11 à 18 pour la construction de véhicules industriels.
- 10 22) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 11 à 18 dans la construction d'équipements de stockage, de transport ou de manutention de produits granuleux, tels que bennes, réservoirs ou convoyeurs.
- 23) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 11 à 18 pour la fabrication de pièces d'automobiles.
- 15 24) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 11 à 18 comme élément structural en construction aéronautique.
- 25) Utilisation selon la revendication 24, dans laquelle ledit élément structural est une tôle de revêtement de fuselage.
- 26) Utilisation selon une quelconque des revendications 19 à 25, dans laquelle au moins
20 deux desdits éléments structuraux sont assemblés par soudage.
- 27) Construction soudée réalisés avec au moins deux produits selon une quelconque des revendications 11 à 18, caractérisé en ce que sa limite d'élasticité $R_{p0,2}$ dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 200 MPa.
- 28) Construction soudée selon la revendication 27, dans laquelle la limite d'élasticité
25 $R_{p0,2}$ dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 220 MPa.

- 29) Construction soudée réalisée avec au moins deux produits selon l'une quelconque des revendications 11 à 18, caractérisé en ce que sa résistance à la rupture R_m dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 250 MPa.
- 5 30) Construction soudée selon la revendication 29, dans laquelle la résistance à la rupture R_m dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 300 MPa.
- 31) Construction soudée selon l'une des revendications 27 à 30, dans laquelle la dureté dans la zone affectée thermiquement est supérieure ou égale à 100 HV, préférentiellement supérieure ou égale à 110 HV, et encore plus préférentiellement supérieure à égale à 115 HV.
- 10 32) Construction soudée selon la revendication 31, dans laquelle la dureté dans la zone affectée thermiquement est au moins aussi grande que la dureté de celles des tôles de base qui a la dureté la moins élevée.

Figure 1 :

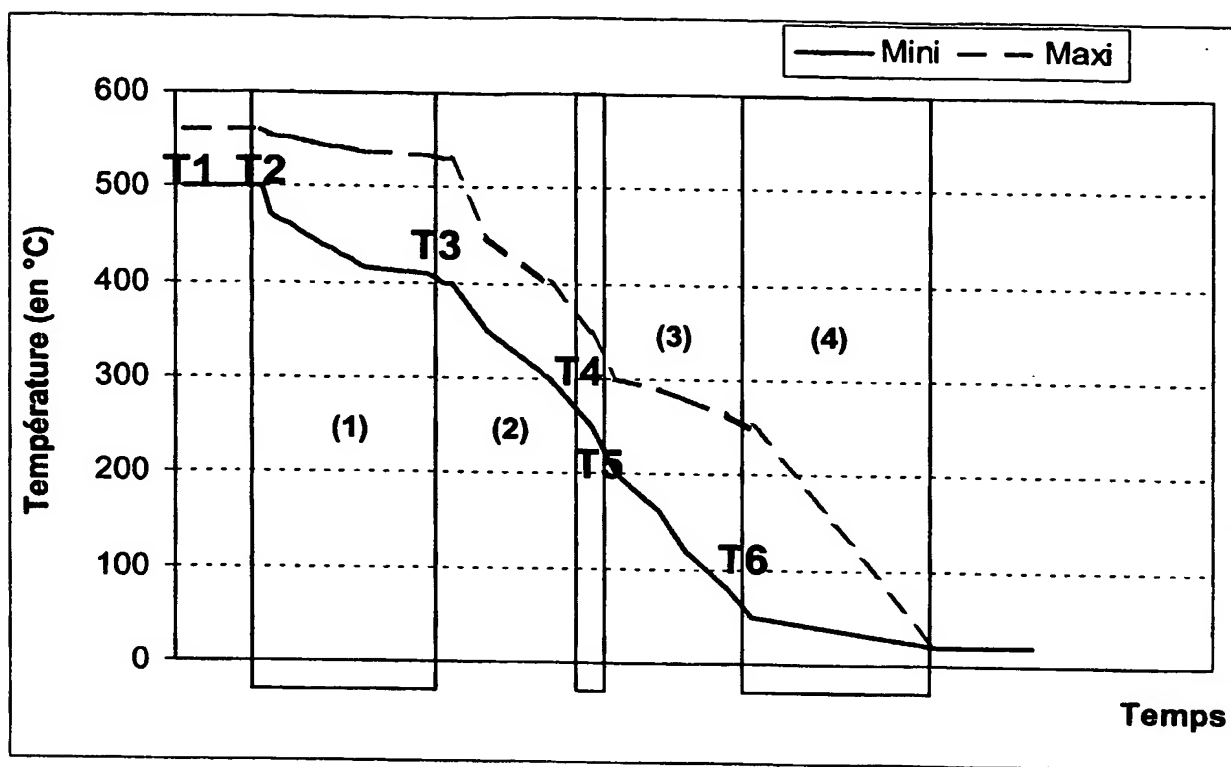


Figure 2 :

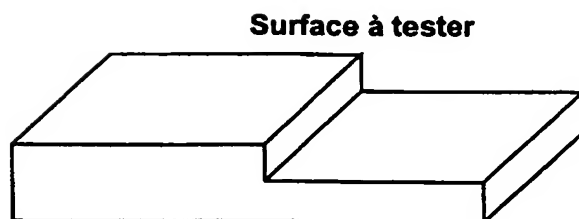
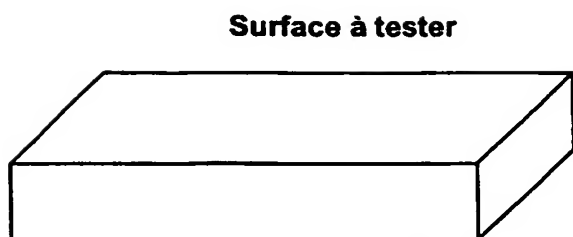


Figure 3 :

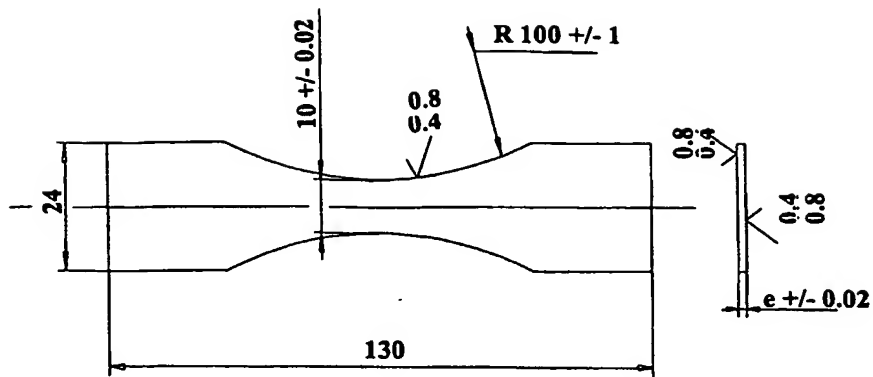


Figure 4 :

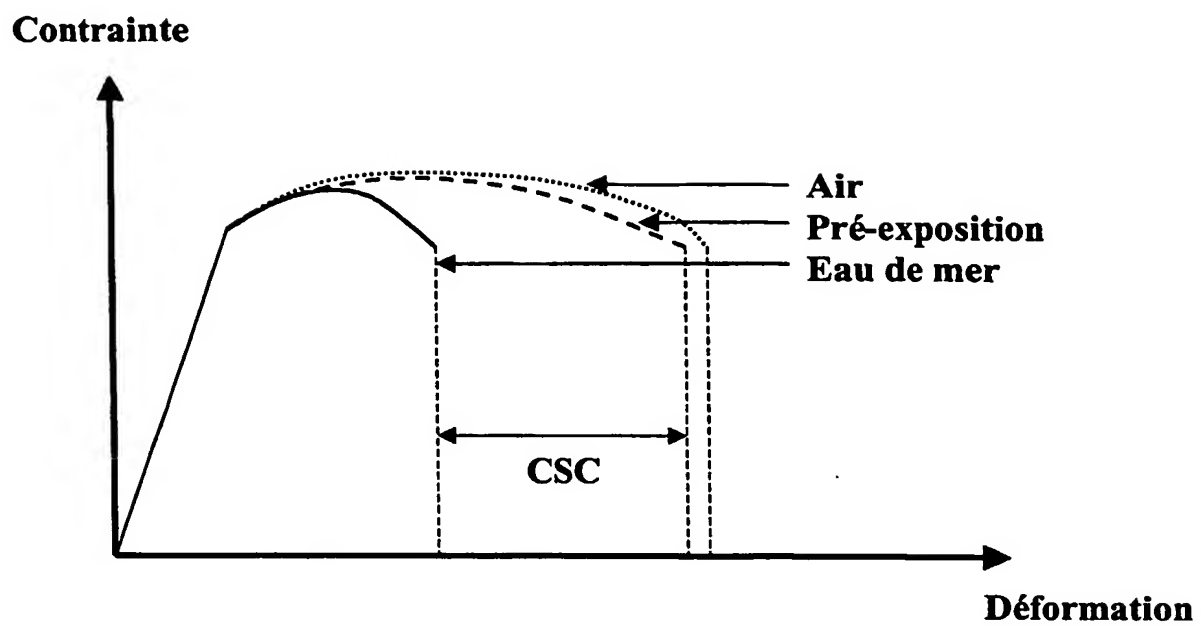


Figure 5 :

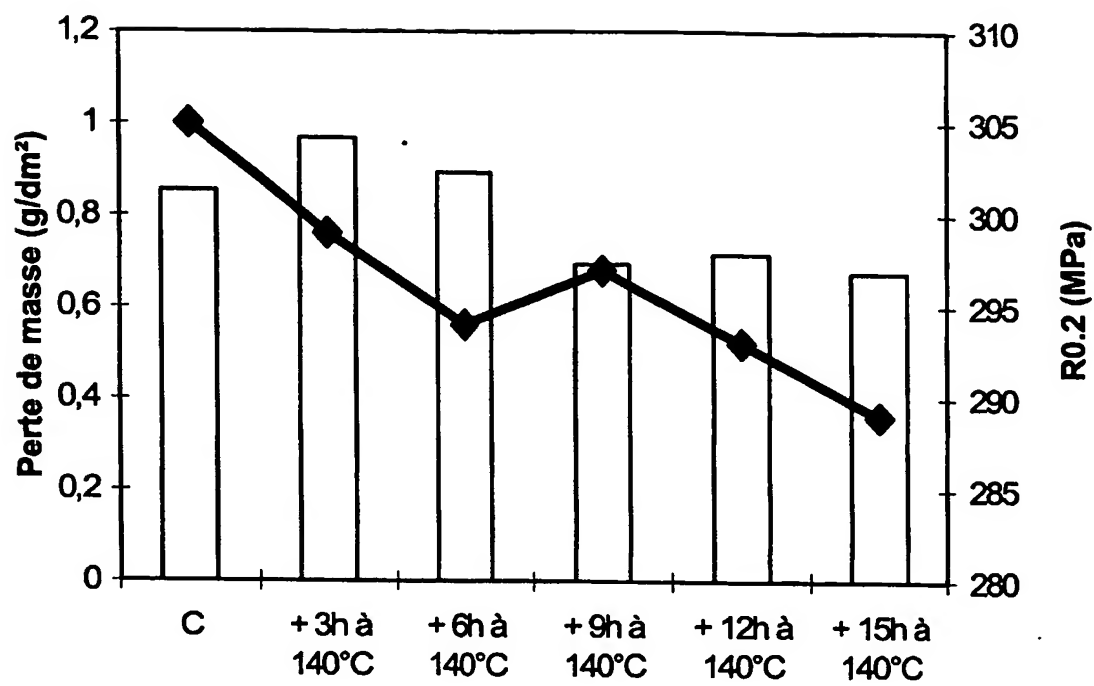


Figure 6 :

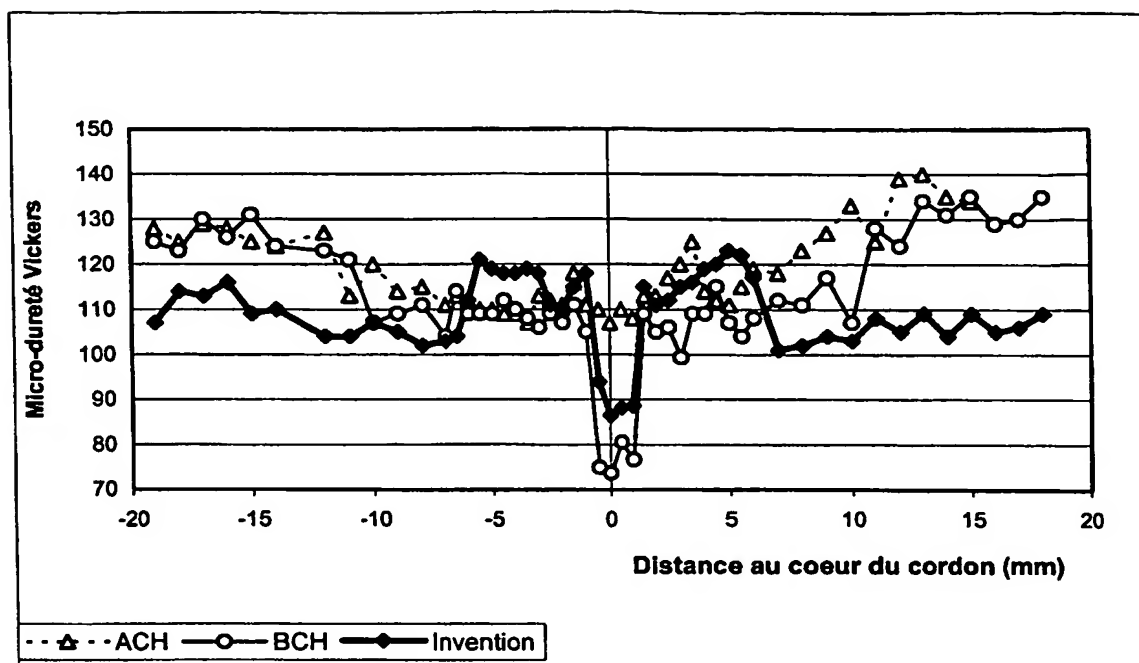


Figure 7 :

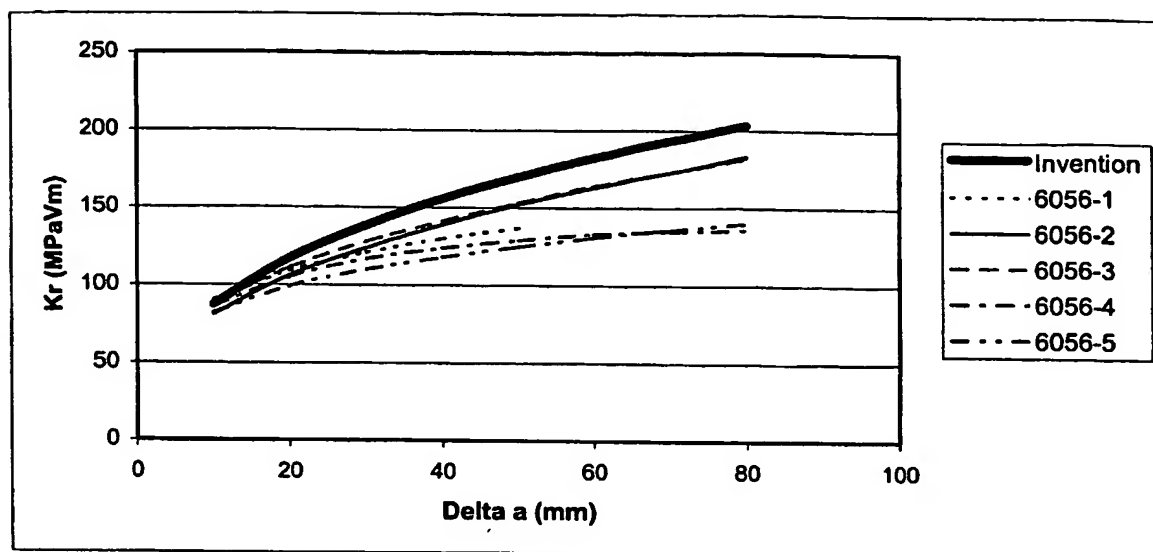
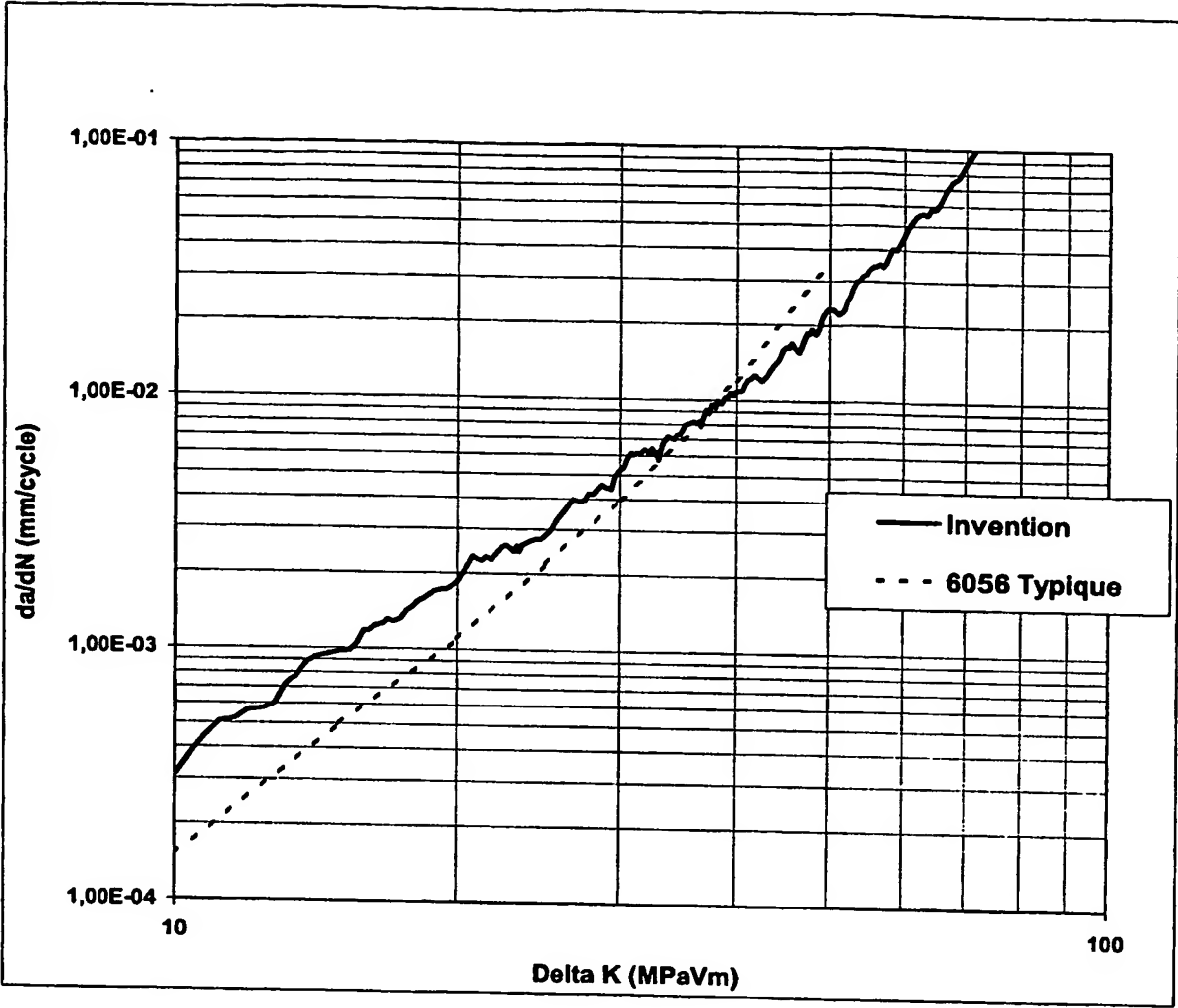


Figure 8 :



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/03312

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C22F1/053 C22F1/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C22C C22F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>PECHINEY ALUMINIUM: "Demi produits aluminium;Caractéristiques générales - Aluminium mill products;general properties;"</p> <p>October 1985 (1985-10), ALUMINIUM CARACTERISTIQUES GENERALES. MILL PRODUCTS GENERAL PROPERTIES, PAGE(S) 48, 115-116 , PARIS, FRANCE , XP002240985</p> <p>* page, 115, composition chimique de l'alliage 7020 *</p> <p>* page 116, caractéristiques de traction des produits laminés *</p> <p style="text-align: center;">----- -/-</p>	11-14, 19-26

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

G document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

1 April 2004

Date of mailing of the international search report

16/04/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Patton, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PC 03/03312

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>US 3 945 861 A (ANDERSON WILLIAM A ET AL) 23 March 1976 (1976-03-23)</p> <p>column 1, line 5 - line 12 column 2, line 40 - column 3, line 33 * Exemple 1, colonne 6, ligne 9 - ligne 57, "sheet" *</p>	11,12, 19,21, 23,26
X	<p>KLYSZEWSKI A ET AL: "Structure and properties of AlZn5Mg1 alloy" CAPLUS, 1978, XP002240986 retrouvé dans STN; DATABASE CAPLUS (en ligne), Database accession no. 1978:140357 abstract * Résultats des traitements (2) et (3) * & PRACE INSTYTUTU METALI NIEZELAZNYCH (1977), 6(1), 43-5, 1977,</p>	11,12, 15,16
X	<p>WO 92/03586 A (COMALCO ALU) 5 March 1992 (1992-03-05) page 24; table 2 page 25; table 4 page 31; examples L,M; table 5</p>	11,12
A	<p>US 6 302 973 B1 (HASZLER ALFRED JOHANN PETER ET AL) 16 October 2001 (2001-10-16) column 1, line 5 - line 25 column 5, line 24 - column 8, line 56; examples A2-A7,A9,A10,B2</p>	1-32
A	<p>US 5 061 327 A (DENZER DIANA K ET AL) 29 October 1991 (1991-10-29) cited in the application the whole document</p>	1-26
A	<p>US 4 462 843 A (BABA YOSHIO ET AL) 31 July 1984 (1984-07-31) * Alliage N°1 sous condition N°10 du tableau 10 *</p>	1-26
A	<p>US 4 699 673 A (GOTO HIROMI ET AL) 13 October 1987 (1987-10-13) * Exemple 1, alliage 7N01, colonne 6, ligne 30 - colonne 7, ligne 44, tableaux 1-2 *</p>	1-26
A	<p>US 3 694 272 A (FETZER MAURICE C ET AL) 26 September 1972 (1972-09-26) the whole document</p>	1-26

-/--

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/03/03312

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>STYCZYNSKA M ET AL: "Grain boundaries as dislocation sources in a material with precipitate free zones" CAPLUS, 1986, XP002240987 retrouvé dans STN; DATABASE CAPLUS (en ligne), Database accession no. 1986:73111 abstract & SCRIPTA METALLURGICA (1985), 19(12), 1409-13, 1985,</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	11-18

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/JP 03/03312

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3945861	A	23-03-1976	NONE	
WO 9203586	A	05-03-1992	AU 655433 B2	22-12-1994
			AU 8407591 A	17-03-1992
			WO 9203586 A1	05-03-1992
			BR 9106787 A	29-06-1993
			CA 2091355 A1	23-02-1992
			CN 1060115 A	08-04-1992
			EP 0544758 A1	09-06-1993
			JP 6503854 T	28-04-1994
			ZA 9106651 A	29-07-1992
US 6302973	B1	16-10-2001	AT 217912 T	15-06-2002
			AU 725069 B2	05-10-2000
			AU 8978998 A	01-03-1999
			CA 2299449 A1	18-02-1999
			DE 69805527 D1	27-06-2002
			DE 69805527 T2	28-11-2002
			WO 9907906 A1	18-02-1999
			EP 1000179 A1	17-05-2000
			NO 20000559 A	03-02-2000
			ZA 9806888 A	28-01-1999
US 5061327	A	29-10-1991	NONE	
US 4462843	A	31-07-1984	JP 57161045 A	04-10-1982
			AU 545018 B2	27-06-1985
			AU 8136382 A	07-10-1982
			CA 1191433 A1	06-08-1985
			DE 3271875 D1	07-08-1986
			EP 0062469 A1	13-10-1982
			KR 8901448 B1	03-05-1989
US 4699673	A	13-10-1987	JP 1411258 C	24-11-1987
			JP 61009561 A	17-01-1986
			JP 62003225 B	23-01-1987
			GB 2160894 A , B	02-01-1986
US 3694272	A	26-09-1972	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. internationale No
PCT/FR 03/03312

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C22F1/053 C22F1/04

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C22C C22F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	<p>PECHINEY ALUMINIUM: "Demi produits aluminium;Caractéristiques générales - Aluminium mill products;general properties;" octobre 1985 (1985-10), ALUMINIUM CHARACTERISTIQUES GENERALES. MILL PRODUCTS GENERAL PROPERTIES, PAGE(S) 48, 115-116 , PARIS, FRANCE , XP002240985 * page, 115, composition chimique de l'alliage 7020 * * page 116, caractéristiques de traction des produits laminés *</p> <p style="text-align: center;">----- -/--</p>	11-14, 19-26

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *G* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

1 avril 2004

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16/04/2004

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Patton, G

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dep. Internationale No
PC 03/03312

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	<p>US 3 945 861 A (ANDERSON WILLIAM A ET AL) 23 mars 1976 (1976-03-23)</p> <p>colonne 1, ligne 5 - ligne 12 colonne 2, ligne 40 - colonne 3, ligne 33 * Exemple 1, colonne 6, ligne 9 - ligne 57, "sheet" *</p>	11,12, 19,21, 23,26
X	<p>KLYSZEWSKI A ET AL: "Structure and properties of AlZn5Mg1 alloy" CAPLUS, 1978, XP002240986 retrouvé dans STN; DATABASE CAPLUS (en ligne), Database accession no. 1978:140357 abrégé * Résultats des traitements (2) et (3) * & PRACE INSTYTUTU METALI NIEZELAZNYCH (1977), 6(1), 43-5, 1977,</p>	11,12, 15,16
X	<p>WO 92/03586 A (COMALCO ALU) 5 mars 1992 (1992-03-05) page 24; tableau 2 page 25; tableau 4 page 31; exemples L,M; tableau 5</p>	11,12
A	<p>US 6 302 973 B1 (HASZLER ALFRED JOHANN PETER ET AL) 16 octobre 2001 (2001-10-16) colonne 1, ligne 5 - ligne 25 colonne 5, ligne 24 - colonne 8, ligne 56; exemples A2-A7,A9,A10,B2</p>	1-32
A	<p>US 5 061 327 A (DENZER DIANA K ET AL) 29 octobre 1991 (1991-10-29) cité dans la demande le document en entier</p>	1-26
A	<p>US 4 462 843 A (BABA YOSHIO ET AL) 31 juillet 1984 (1984-07-31) * Alliage N°1 sous condition N°10 du tableau 10 *</p>	1-26
A	<p>US 4 699 673 A (GOTO HIROMI ET AL) 13 octobre 1987 (1987-10-13) * Exemple 1, alliage 7N01, colonne 6, ligne 30 - colonne 7, ligne 44, tableaux 1-2 *</p>	1-26
A	<p>US 3 694 272 A (FETZER MAURICE C ET AL) 26 septembre 1972 (1972-09-26) le document en entier</p>	1-26
	-/--	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dernière Internationale No

PC 03/03312

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>STYCZYNSKA M ET AL: "Grain boundaries as dislocation sources in a material with precipitate free zones" CAPLUS, 1986, XP002240987 retrouvé dans STN; DATABASE CAPLUS (en ligne), Database accession no. 1986:73111 abrégé & SCRIPTA METALLURGICA (1985), 19(12), 1409-13, 1985,</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	11-18

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

De internationale No

PCT/TR 03/03312

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3945861	A	23-03-1976	AUCUN	
WO 9203586	A	05-03-1992	AU 655433 B2 AU 8407591 A WO 9203586 A1 BR 9106787 A CA 2091355 A1 CN 1060115 A EP 0544758 A1 JP 6503854 T ZA 9106651 A	22-12-1994 17-03-1992 05-03-1992 29-06-1993 23-02-1992 08-04-1992 09-06-1993 28-04-1994 29-07-1992
US 6302973	B1	16-10-2001	AT 217912 T AU 725069 B2 AU 8978998 A CA 2299449 A1 DE 69805527 D1 DE 69805527 T2 WO 9907906 A1 EP 1000179 A1 NO 20000559 A ZA 9806888 A	15-06-2002 05-10-2000 01-03-1999 18-02-1999 27-06-2002 28-11-2002 18-02-1999 17-05-2000 03-02-2000 28-01-1999
US 5061327	A	29-10-1991	AUCUN	
US 4462843	A	31-07-1984	JP 57161045 A AU 545018 B2 AU 8136382 A CA 1191433 A1 DE 3271875 D1 EP 0062469 A1 KR 8901448 B1	04-10-1982 27-06-1985 07-10-1982 06-08-1985 07-08-1986 13-10-1982 03-05-1989
US 4699673	A	13-10-1987	JP 1411258 C JP 61009561 A JP 62003225 B GB 2160894 A , B	24-11-1987 17-01-1986 23-01-1987 02-01-1986
US 3694272	A	26-09-1972	AUCUN	